# Ceramic paste composition and method of making ceramic blank sheet and multilayer electron element

Also published as: Patent number: CN1303104 (A) Publication date: 2001-07-11 CN1205619 (C) ICHIRO NAKAMURA [JP]; HIDEHIKO TANAKA [JP] DE10051390 (A1) Inventor(s): MURATA MANUFACTURING CO [JP] Applicant(s): 内DE10051390 (B4) Classification: D US6589446 (B1) - international: B32B18/00; C04B35/00; C04B35/468; C04B35/622; TW479004 (B) H01G4/12; B32B18/00; C04B35/00; C04B35/462; C04B35/622; H01G4/12; (IPC1-7): H01B3/12; B28C1/04; more >> C04B35/00; H01G4/12; H01G4/30 B32B18/00; C04B35/468B; C04B35/622B; H01G4/12 - european: Application number: CN20001031765 20001012 Priority number(s): JP19990297596 19991020 Abstract not available for CN 1303104 (A) Abstract of correspondent: DE 10051390 (A1) A ceramic slurry composition comprises ceramic powder, an anion system dispersing agent, binder, and solvent. The composition is prepared so as the total acid of the anion system dispersing agent to be 10-150 % of the total base of the ceramic powder. Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

#### 「19]中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl7

H01B 3/12

H01G 4/12 H01G 4/30

C04B 35/00 B28C 1/04

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00131765.2

[43]公开日 2001年7月11日

[11]公开号 CN 1303104A

[22]申请日 2000.10.12 [21]申请号 00131765.2

[30]优先权

[32]1999.10.20 [33]JP [31]297596/1999

[71]申请人 株式会社村田制作所

地址 日本京都府

[72]发明人 中村一郎 田中秀彦

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所 代理人 朱黎明

权利要求书1页 说明书11页 附图页数2页

#### [54] 发明名称 陶瓷糊浆组合物和制造陶瓷坯料片及多 层电子元件的方法

#### [57] 摘要

公开了一种具有均匀分散且无严重损伤的陶瓷粉末的陶瓷糊浆组合物。一种使用该陶瓷糊浆组合物制造陶瓷坯料片的方法和一种多层陶瓷电子元件的制造方法。该陶瓷糊浆组合物含有陶瓷粉末、分散剂、粘合剂和溶剂,其中使用阴离子分散剂作为分散剂,其用量设定为其总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的10—150%。使用的陶瓷粉末的平均粒径为0.01—1 微米。



### 权 利 要 求 书

- 1. 一种陶瓷糊浆组合物,它包括:陶瓷粉末;分散剂;粘合剂;和溶剂; 其中所述分散剂是阴离子分散剂,并且阴离子分散剂的含量为使其总酸值相当 于陶瓷粉末总碱值的 10~150%。
- 2. 如权利要求 1 所述的陶瓷糊浆组合物, 其特征在于所述陶瓷粉末的平均粒径为 0.01-1 微米。
- 3. 一种陶瓷坯料片的制造方法,它包括将权利要求1或2所述的陶瓷糊浆组合物在预定的基片上模塑成片材,形成陶瓷坯料片的步骤。
- 10 4. 如权利要求 3 所述的陶瓷坯料片的制造方法, 其特征在于该陶瓷坯料片的厚度为 0.1-10 微米。
  - 5. 一种多层陶瓷电子元件的制造方法,它包括:

将用权利要求 3 或 4 所述的陶瓷坯料片的制造方法制得的陶瓷坯料片与由 贱金属组成的内电极叠合在一起的步骤:

15 切割该层叠的陶瓷坯料片的步骤: 焙烧该层叠的陶瓷坯料片的步骤;和 形成外电极的步骤。

### 说 明 书

### 陶瓷糊浆组合物和 制造陶瓷坯料片及多层电子元件的方法

5

15

20

30

本发明涉及陶瓷糊浆组合物和用于制造陶瓷坯料片及多层陶瓷电子元件的方法。更具体地说,本发明涉及用于制造陶瓷电子元件(如多层陶瓷电容器)和多层陶瓷基片的陶瓷糊浆组合物,并涉及使用该陶瓷糊浆组合物的陶瓷坯料片的制造方法以及使用该陶瓷坯料片制造多层陶瓷电子元件的方法。

10 多层陶瓷电子元件(如多层陶瓷电容器)和多层陶瓷基片一般是采用将陶瓷坯料片叠合在一起、压制并加热烧结陶瓷和电极这些步骤制得的。

例如,当制造如图 1 所示的多层陶瓷电容器(其中内电极 2 形成于陶瓷元件 1 中,一对外电极 3a 和 3b 形成于陶瓷元件 1 的两个侧面上,并与交替伸出陶瓷元件 1 的一个侧面和另一个侧面的内电极相连)时,一般使用下述方法:

- (1)在用上述方法制得的坯料片上沉积用作电容器电极的内电极,形成带电极的片材 11(参见图 2);
- (2)如图 2 所示层叠预定数量的带电极片材 11,将不带内电极的陶瓷坯料片(用作外层的坯料片)放置在层叠片材的上面和下面,对其进行压制,从而使形成的层叠物(压制的层叠物)中内电极 2 交替伸出该层叠物的一个侧面和另一个侧面;
- (3)在预定的条件下对该层叠物进行焙烧,从而烧结之;在经焙烧的层压物(陶瓷元件 1,参见图 1)的两个侧面上涂覆导电胶并焙烧之,从而形成与内电极 2 相连的外电极 3a 和 3b。

因此,可制得如图 1 所示的多层陶瓷电容器。

25 通过层叠陶瓷坯料片的步骤还可制得其它多层陶瓷电子元件,如多层陶瓷基片。

用于制造多层陶瓷电子元件的陶瓷坯料片一般是用下列步骤制得的:制得原料,如陶瓷粉末、分散介质(溶剂)、分散剂、粘合剂和增塑剂,以制造预定的组合物;使用介质型研磨机(如球珠磨机、球磨机、碾磨机、油漆振荡机和砂磨机)混合并粉碎如此制得的原料,形成陶瓷糊浆;用例如刮刀涂覆法将该陶瓷糊浆模塑成具有预定厚度的片材;随后干燥如此形成的片材。此时,上述



介质型研磨机是一种利用所述介质混合并搅拌该陶瓷粉末,将陶瓷粉末分散在 介质之中的设备。

但是,近来如其它电子元件那样,要求各种多层陶瓷电子元件(如多层陶瓷电容器)小型化并具有改进的性能。

因此,用于制造多层陶瓷电子元件的陶瓷坯料片必须更薄,近来对 10 微 米或更薄的这种极薄陶瓷坯料片的需求增加。

5

15

20

30

当制造上述极薄陶瓷坯料片时,用于制造陶瓷坯料片的陶瓷糊浆中原料陶瓷粉末必须充分分散。因此,必须使用平均粒径为 0.01-1 微米的陶瓷细粉作为原料陶瓷粉末。

10 但是,一般来说,在用于制造上述陶瓷坯料片的陶瓷糊浆中,常使用分散 剂,考虑到与粘合剂的相容性,这种分散剂是粘合剂的小分子化合物。

也就是说,常使用聚乙烯基缩丁醛树脂、纤维素树脂、丙烯酸树脂、乙酸 乙烯酯树脂、聚乙烯醇树脂等作为粘合剂,因此上述粘合剂的小分子化合物常 用作分散剂。

用作粘合剂的大部分树脂(如聚乙烯基缩丁醛树脂、纤维素树脂、丙烯酸树脂、乙酸乙烯酯树脂和聚乙烯醇树脂)是非离子化合物,结果,用作分散剂的这些粘合剂的小分子化合物也是非离子化合物。

上述非离子分散剂在陶瓷粉末上具有低的吸附率,因此粒径为1 微米或更小、具有强内聚力的陶瓷细粉不能快速并有效地分散。结果产生对陶瓷粉末产生严重损伤并且由于分散步骤需要更长的时间而降低了生产率的问题。

考虑到上述问题,本发明的一个目的是提供一种具有优良生产率的陶瓷糊浆组合物,其中的陶瓷粉末能充分分散而不会严重受损,并提供使用该陶瓷糊浆组合物制造陶瓷坯料片的方法,以及用该陶瓷坯料片制造陶瓷电子元件的方法。

25 本发明陶瓷糊浆组合物包括陶瓷粉末、分散剂、粘合剂和溶剂,其中所述分散剂是阴离子分散剂,该阴离子分散剂的含量使其总酸值(acid amount)相当于陶瓷粉末总碱值的 10-150%。

对于适用于本发明的阴离子分散剂,其例子包括具有分子间羧基、马来酸根、磺基、磷酸根等的阴离子分散剂。另外,不含金属离子的多羧酸化合物和多马来酸化合物是较好的阴离子分散剂。

阴离子分散剂的加入量较好使其总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的 10-



150%。原因是当分散剂的加入量造成其总酸值小于陶瓷粉末总碱值的 10%时,难以得到令人满意的分散效果,另一方面,当其总酸值超过 150%时,不能进一步改进分散效果。

阴离子分散剂的总酸值和陶瓷粉末的总碱值可通过滴定等方法测得。

在本发明中,可使用含增塑剂和/或抗静电剂的粘合剂。另外,也可使用 含其它添加剂的粘合剂。

5

10

15

20

在本发明中,用于分散陶瓷粉末的方法无特别的限制。可使用各种分散方法,例如使用介质型研磨机(如球珠研磨机、球磨机、碾磨机、油漆振荡机和砂磨机)的方法;捏合陶瓷粉末、分散介质、分散剂、粘合剂、增塑剂等的方法;和使用三辊滚轧机的方法。其中使用三辊滚轧机的方法是用分散介质、分散剂、粘合剂、增塑剂等将陶瓷粉末分散在其混合物中的方法。在上述方法中,使混合物通过第一辊和第二辊之间的小辊隙,所述辊相互独立地滚动并且相互间具有小辊隙,从而能进行压制和捏合;随后使混合物通过第二辊和第三辊之间的辊隙,第三辊靠近第二辊,它与第二辊之间的辊隙小于第一辊和第二辊之间的辊隙,以便进一步压制和捏合。

另外,在形成本发明陶瓷糊浆组合物时,分散剂和粘合剂的加料次序无特别限制。但是较好先混合并分散陶瓷粉末、分散剂和溶剂,使分散剂先吸附在陶瓷粉末上,随后向如此形成的混合物中加入粘合剂,接着再进行混合和分散。

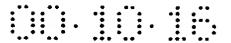
在本发明陶瓷糊浆组合物中,陶瓷粉末的平均粒径较好为 0.01-1 微米。

根据本发明,可得到其中粒径为 0.01-1 微米(用电子显微镜测得的平均粒径)的陶瓷粉末的具有优良分散性的陶瓷糊浆组合物,这是用常规分散法难以得到的。因此,本发明是特别有意义的。

另外, 当陶瓷粉末的粒径在 0.01-1 微米范围以外时也可使用本发明。

25 本发明制造陶瓷坯料片的方法包括在预定的基片上将上述陶瓷糊浆组合物模塑成片材的步骤,形成坯料片。

由于陶瓷粉末充分分散在上述本发明陶瓷糊浆组合物中,因此将该陶瓷糊浆组合物模塑成片材就可高可靠性地制得高性能陶瓷坯料薄片。也就是说,可制得适合制造多层陶瓷电子元件的陶瓷坯料片,该陶瓷坯料片具有非常光滑的表面、高的密度和高的拉伸强度,并且树脂(如粘合剂和增塑剂)均匀地分散在其中。另外,当使用上述陶瓷坯料片制造多层陶瓷电子元件时,可得到具有所



需特性和髙质量的高可靠性多层陶瓷电子元件。

在本发明陶瓷坯料片的制造方法中,陶瓷坯料片的厚度较好为 0.1-10 徽 米。

根据本发明,即使制得的陶瓷坯料片的厚度薄至 0.1-10 微米,也可可靠 地制得高质量的陶瓷坯料片,因此,可制得适合制造多层陶瓷电子元件的陶瓷坯料片。

本发明多层陶瓷电子元件的制造方法包括将用上述陶瓷坯料片制造方法 制得的陶瓷坯料片与贱金属制成的内电极叠合在一起的步骤,切割叠合的陶瓷 坯料片的步骤, 焙烧该叠合的陶瓷坯料片的步骤和形成外电极的步骤。

通过用上述本发明方法形成的陶瓷糊浆制得陶瓷坯料片,将该陶瓷坯料片 与贱金属内电极叠合在一起,切割,焙烧并形成外电极的步骤能形成具有所需 特性和高质量高可靠性的多层陶瓷电子元件。

本发明多层陶瓷电子元件的制造方法包括将用上述坯料片制造方法制得的陶瓷坯料片与贱金属内电极叠合在一起;切割;焙烧;并形成外电极的步骤。由于使用的陶瓷坯料片具有高的密度和非常光滑的表面,因此可减少短路的发生率,从而可改进其可靠性。另外,由于陶瓷粉末未受严重损伤,因此可改进所需特性的再现性。

图 1 是通过叠合陶瓷坯料片制得的多层陶瓷电容器的剖面图:

图 2 是表示多层陶瓷电容器制造方法的透视图。

20 下面将参照实例详细描述本发明。

10

15

本发明陶瓷粉末的类型和组成无特别的限制,本发明可广泛用于由介电陶瓷粉末(如钛酸钡、钛酸锶和钛酸铅);磁性陶瓷粉末(如铁氧体);压电陶瓷粉末和绝缘陶瓷粉末(如氧化铝和氧化硅)制成的各种陶瓷糊浆。

陶瓷粉末的粒径无特别的限制,但是,当使用由电子显微镜测得的平均粒 25 径为 0.01-1 微米的陶瓷粉末(如上所述,这种粉末难以用常规分散方法进行分 散)时,可凸现本发明的全部优点。

陶瓷粉末可含有添加剂等。例如,当陶瓷粉末主要由钛酸钡组成时,该陶瓷粉末可含有玻璃、氧化镁、氧化锰、氧化钡、稀土元素氧化物、氧化钙等。

在本发明中溶剂(分散介质)的种类无特别的限制。可使用各种溶剂,例 30 如芳族化合物(如甲苯和二甲苯)和醇化合物(例如乙醇、异丙醇和丁醇)。另 外,上述溶剂可单独使用或组合使用。



作为分散介质,可使用上述溶剂以外的溶剂,也可使用水。

作为粘合剂,可使用聚乙烯基缩丁醛树脂、纤维素树脂、丙烯酸树脂、乙酸乙烯酯树脂、聚乙烯醇树脂等。根据要制备的陶瓷坯料片,可任选地决定粘合剂的类型和用量。

5 本发明陶瓷糊浆组合物还可含有增塑剂,可适当地使用各种增塑剂,如聚 乙二醇或邻苯二甲酸酯。其用量可根据要制备的陶瓷坯料片而任意决定。

本说明书中描述的陶瓷粉末、分散介质、增塑剂等可用于本发明的每个方面。

下面将详细描述本发明的实施例。

10

#### 实施例1

- (1)将陶瓷粉末、分散剂、粘合剂、增塑剂和溶剂混合在一起,制备下述组合物。
- (a)市售的介电材料(一种含添加剂的陶瓷粉末),其平均粒径为 0.2 微 15 米,平均碱值为 40 徽摩尔/克: 100 重量份;
  - (b)阴离子分散剂,其平均酸值为 960 微摩尔/克: 2 重量份(该阴离子分散剂的总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的 48%);
    - (c)粘合剂(丙烯酸粘合剂): 10 重量份:
    - (d)增塑剂(邻苯二甲酸二辛酯(下面称为 DOP)): 1.4 重量份:
- 20 (e)溶剂: 70 重量份甲苯和 70 重量份乙醇;
  - (2)接着,使用带 500 重量份直径 2mm 由氧化锆制成的磨球的球磨机对如此制得的原料混合并研磨 5 小时,制得最终分散糊浆(陶瓷糊浆组合物)用于制造陶瓷坯料片。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定如此制得的陶瓷糊浆组合 25 物的分散性。

粒径分布的 90%平均粒径(D90) 为 0.60 微米。

将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 8%。

用刮刀法将该陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。

30 使用原子力显微镜测定如此形成的陶瓷坯料片的表面粗糙度(R<sub>4</sub>),并测定 其测得的密度与理论密度的比值作为陶瓷坯料片的密度比(该密度比=测得的



密度/理论密度)。结果 Ra为 81nm,密度比为 0.81。

随后用该陶瓷坯料片制备多层陶瓷电容器,如图 1 所示,该电容器中形成有交替伸出陶瓷元件 1 一个侧面和另一个侧面的内电极 2,并且形成一对与内电极 2 相连的外电极 3a 和 3b。

5 下面描述多层陶瓷电容器的制造方法。

- (1)在如此形成的陶瓷坯料片上网印镍(Ni)导电胶,形成带有作为电容器电极的内电极的带电极片材:
- (2)接着,如图 2 所示,将预定数量的带电极片材 11 叠合在一起,将不带电极的陶瓷坯料片(作为外层的片材)叠合在该带电极片材 11 的叠合物的顶部和底部,对其进行压制,从而形成单个内电极 2 的端部交替伸出该叠合物一个表面的叠合物(压制的叠合物):
- (3)使用切割机将如此形成的压制叠合物切割成预定的尺寸,除去其中的粘合剂并焙烧如此形成的叠合物。

该粘合剂是在氮气氛中加热而除去的。

- 15 所述焙烧是在弱还原性气氛中加热至预定温度而实施的。
  - (4) 随后,将以银作为导电组分的导电胶涂覆在经焙烧的叠合物(陶瓷元件1)的两个侧面上,并焙烧之,从而形成与内电极 2 相连的外电极 3a 和 3b(参见图 1)。

如上所述,制得图1所示带镍内电极2的多层陶瓷电容器。

20 测定如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率,结果非常优良(例如 13 %)。另外,静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。

#### 实施例 2

10

- (1)将陶瓷粉末、分散剂、粘合剂、增塑剂和溶剂混合在一起,制备下列 25 组合物。
  - (a)市售的介电材料(一种含添加剂的陶瓷粉末),其平均粒径为 0.2 微米,平均碱值为 40 微摩尔/克: 100 重量份;
  - (b) 阴离子分散剂,其平均酸值为 960 徽摩尔/克: 2 重量份(该阴离子分散剂的总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的 48%);
- 30 (c) 溶剂: 35 重量份甲苯和 35 重量份乙醇;
  - (2)接着, 使用带 500 重量份直径 2mm 由氧化锆制成的磨球的球磨机对如



此制得的原料混合并研磨 5 小时, 制得糊浆:

- (3) 预先通过搅拌和溶解制得由 10 重量份丙烯酸树脂粘合剂、1.4 重量份邻苯二甲酸二辛酯(DOP)增塑剂和 35 重量份甲苯及 35 重量份乙醇组成的溶液。随后将该粘合剂溶液加入上述经混合和研磨的糊浆中;
- 5 (4)随后,用球磨机将该含粘合剂溶液的糊浆混合并研磨 5 小时,制得最终分散糊浆用于形成陶瓷坯料片。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定如此制得的陶瓷糊浆组合物的分散性。D90 为 0.50 微米。

将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面 10 积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 12%。

用刮刀法将该陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。

使用原子力显微镜测定如此形成的陶瓷坯料片的表面粗糙度(R<sub>\*</sub>),并测定 其密度与理论密度的比值作为陶瓷坯料片的密度比(测得的密度/理论密度)。 结果 R<sub>\*</sub>为 72nm,密度比为 0.94。

15 随后用该陶瓷坯料片制备多层陶瓷电容器。

由于用与实施例 1 相同的方法制造多层陶瓷电容器, 因此省略了对该方法的描述以避免繁琐。

如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率非常优良(例如 9%)。并且静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。

20

#### <u>实施例 3</u>

用与实施例 2 相同的方法制得陶瓷糊浆组合物, 但是用聚乙烯基缩丁醛树脂作为粘合剂。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定实施例 3 制得的陶瓷糊浆 25 组合物的分散性。D90 为 0.50 微米。

将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 12%。

用刮刀法将实施例 3 的陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。

使用原子力显微镜测定如此形成的陶瓷坯料片的表面粗糙度(R<sub>a</sub>),并测定 30 其密度与理论密度的比值作为陶瓷坯料片的密度比(测得的密度/理论密度)。 结果 R<sub>a</sub>为 71nm,密度比为 0.93。



随后用该陶瓷坯料片制备多层陶瓷电容器。

用与实施例 1 相同的方法制造该多层陶瓷电容器。

如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率非常优良(例如 8%)。并且静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。

5

#### 实施例 4

用与实施例 2 相同的方法制得陶瓷糊浆组合物,但是阴离子分散剂的用量由 2 重量份改成 6 重量份(阴离子分散剂的总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的 144%)。

10 使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定如此制得的陶瓷糊浆组合物的分散性。D90 为 0.58 微米。另外,将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500 ℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 8%。

用与实施例 1 相同的方法将该的陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷 15 坯料片。如此制得的陶瓷坯料片的 R.密度比分别为 74nm,密度比为 0.91。

随后用与实施例 1 相同的方法使用该陶瓷坯料片制造多层陶瓷电容器。

如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率非常优良(例如 13%)。并且静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。

### 20 实施例 5

25

用与实施例 1 相同的方法制得陶瓷糊浆组合物,但是阴离子分散剂的用量由 2 重量份改成 0.4 重量份(阴离子分散剂的总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的 9.6%)。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定如此制得的陶瓷糊浆组合物的分散性。D90 为 0.62 微米。将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 8%。

用与实施例 1 相同的方法将该的陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。如此制得的陶瓷坯料片的 R.密度比分别为 85nm,密度比为 0.83。

随后用与实施例 1 相同的方法使用该陶瓷坯料片制造多层陶瓷电容器。

30 如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率非常优良(例如 15%)。并且静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。



#### 比较例1

用与实施例 1 相同的方法制得陶瓷糊浆组合物,但是将分散剂改成低分子量丙烯酸树脂。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定比较例 1 制得的陶瓷糊浆 组合物的分散性。D90 为 0.70 微米。

将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 8%。

用刮刀法将比较例 1 的陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。测定如此制得的陶瓷坯料片的表面粗糙度 R. 并测定测得的密度与理论密度的比值(测得的密度/理论密度)作为密度比。R.为 112nm,密度比为 0.74。

随后用与实施例 1 相同的方法使用该陶瓷坯料片制造多层陶瓷电容器。

如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率非常高(例如 51%)。并且静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。

#### 15 比较例 2

10

20

用与实施例 1 相同的方法制得陶瓷糊浆组合物,但是阴离子分散剂的用量由 2 重量份改成 0.2 重量份 (阴离子分散剂的总酸值相当于陶瓷粉末总碱值的 5%)。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定如此制得的陶瓷糊浆组合物的分散性。D90 为 0.70 微米。将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 8%。

用刮刀法将比较例 2 的陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。

使用原子力显微镜测定如此形成的陶瓷坯料片的表面粗糙度(R<sub>•</sub>),并测定 其密度与理论密度的比值作为陶瓷坯料片的密度比(测得的密度/理论密度)。

25 结果 R.为 111nm, 密度比为 0.74。

随后用与实施例 1 相同的方法使用该陶瓷坯料片制造该多层陶瓷电容器。

如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率非常高(例如 49%)。并且静电电容的温度系数满足 X7R 的规定。



#### 比较例3

用与实施例 1 相同的方法制得陶瓷糊浆组合物,但是将分散剂改成低分子量丙烯酸树脂并且将球磨机的混合和研磨时间改成 24 小时。

使用 Microtrack 制造的粒径分布测量装置测定如此制得的比较例 3 陶瓷 5 糊浆组合物的分散性。D90 为 0.60 微米。

将该陶瓷糊浆组合物脱水并加热至 500℃以除去粘合剂,测定其比表面积。与原来的比表面积相比其比表面积增加率为 30%。

用刮刀法将比较例 3 的陶瓷糊浆组合物制成片材,从而形成陶瓷坯料片。

使用原子力显微镜测定如此形成的陶瓷坯料片的表面粗糙度(R<sub>\*</sub>),并测定 10 其测得的密度与理论密度的比值作为陶瓷坯料片的密度比(测得的密度/理论 密度)。结果 R<sub>\*</sub>为 75nm,密度比为 0.90。

随后用与实施例 1 相同的方法使用该陶瓷坯料片制造该多层陶瓷电容器。

如此形成的多层陶瓷电容器的短路发生率为 13%。并且静电电容的温度 15 系数不满足 X7R 的规定。

实施例 1-5 和比较例 1-3 的数据列于表 1,表中的数据是分散性,除去陶瓷糊浆组合物的粘合剂后比表面积的增加率,陶瓷坯料片的表面粗糙度和密度比,以及使用该陶瓷坯料片制得的多层陶瓷电容器的短路发生率以及静电电容的温度系数。

20

表 1

	分散性	比表面积	片材的表	片材密度比	短路	静电电
	(D90	增加率	面粗糙度	(实测/	发生率	容的温
	(微米))	(%)	(R <sub>*</sub> (nm))	理论)	(%)	度系数
实施例 1	0. 60	8	81	0. 81	13	X7R
实施例 2	0. 50	12	72	0. 94	9	X7R
实施例3	0. 50	12	71	0. 93	8	X7R
实施例 4	0. 58	8	74	0. 91	13	X7R
实施例 5	0. 62	8	85	0. 83	15	X7R
比较例1	0.70	8	112	0. 74	51	X7R
比较例 2	0.70	8	111	0.74	49	X7R
比较例3	0.60	30	76	0. 89	13	В



本发明不限于上述实例和实施例,在本发明范围内可对陶瓷粉末、溶剂、 具体的分散方法及其条件进行变化和改进。

如上所述,由于本发明陶瓷糊浆组合物使用阴离子分散剂,因此陶瓷粉末 具有优良的分散性。另外,由于使用阴离子分散剂,因此可短时间内有效分散 陶瓷粉末,因而可经济地得到具有所需分散性的陶瓷糊浆组合物。

5

由于可短时间内分散陶瓷粉末,因此可得到具有所需性能的陶瓷糊浆组合物,不会形成过分大的比表面积并且不会破坏陶瓷粉末的结晶度。



## 说 明 书 附 图

